

## Automatic sample preparation device

Publication number: DE2540969

Publication date: 1977-03-17

Inventor: HUBER BERNHARD WERNER

Applicant: BODENSEEWERK PERKIN ELMER CO

Classification:

- International: G01N35/10; G01N1/00; G01N35/10; G01N1/00; (IPC1-7): G01N1/00X

- European: G01N35/10V

Application number: DE19752540969 19750913

Priority number(s): DE19752540969 19750913

Also published as:

US4042338 (A1)

JP52089376 (A)

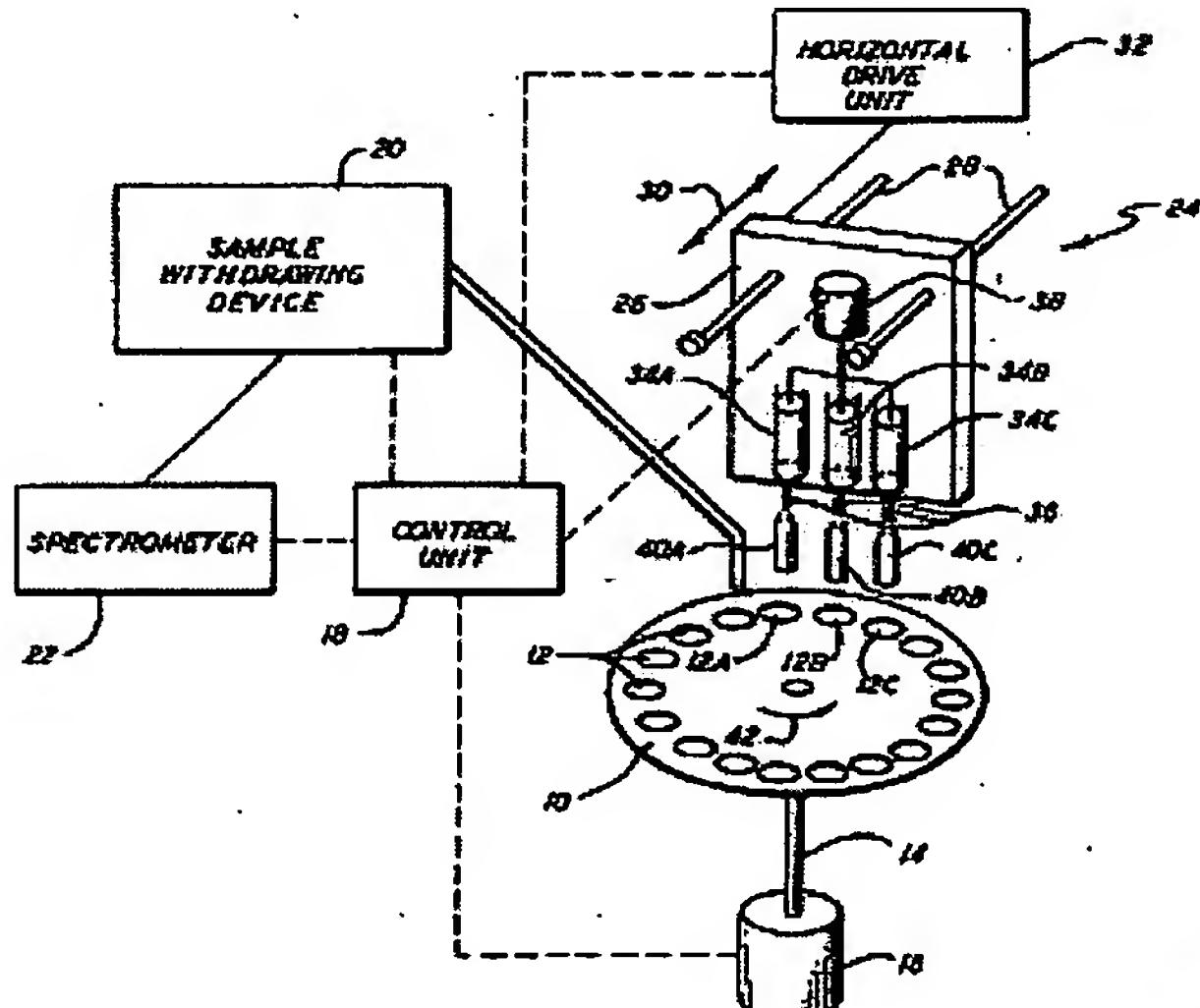
GB1544693 (A)

Report a data error here

Abstract not available for DE2540969

Abstract of corresponding document: US4042338

An automatic sample preparation device for use in flameless atomic absorption spectroscopy or the like, wherein samples to be examined for a particular element are successively mixed with graduated, metered additions of the element to be determined, which includes, in combination, controlled delivery pumping apparatus, a storage vessel system containing dilution agents connected to the inlet side of the pumping apparatus, a dosing probe connected to the outlet side of the pumping apparatus, a stepwise movable carrier, a plurality of sample containers mounted on the carrier, a sample withdrawing device for withdrawing samples from the carrier, and a control unit for moving the dosing probe with respect to the carrier so that one group of at least two successive sample containers on the carrier can be simultaneously mixed with graduated, metered additions of the element to be determined prior to sample withdrawal.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Best Available Copy

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# United States Patent [19]

Huber

[11]

4,042,338

[45]

Aug. 16, 1977

[54] AUTOMATIC SAMPLE PREPARATION DEVICE

[75] Inventor: Bernhard Werner Huber, Überlingen, Germany

[73] Assignee: Bodenseewerk Perkin-Elmer & Co. GmbH, Überlingen, Germany

[21] Appl. No.: 710,015

[22] Filed: July 30, 1976

[30] Foreign Application Priority Data

Sept. 13, 1975 Germany 2540969

[51] Int. Cl. 2 G01N 1/14

[52] U.S. Cl. 23/259; 23/253 R; 73/425.4 P; 73/425.6; 141/130

[58] Field of Search 23/259, 253 R, 230 R; 73/425.4 R, 425.4 P, 425.6; 141/130

[56] References Cited

U.S. PATENT DOCUMENTS

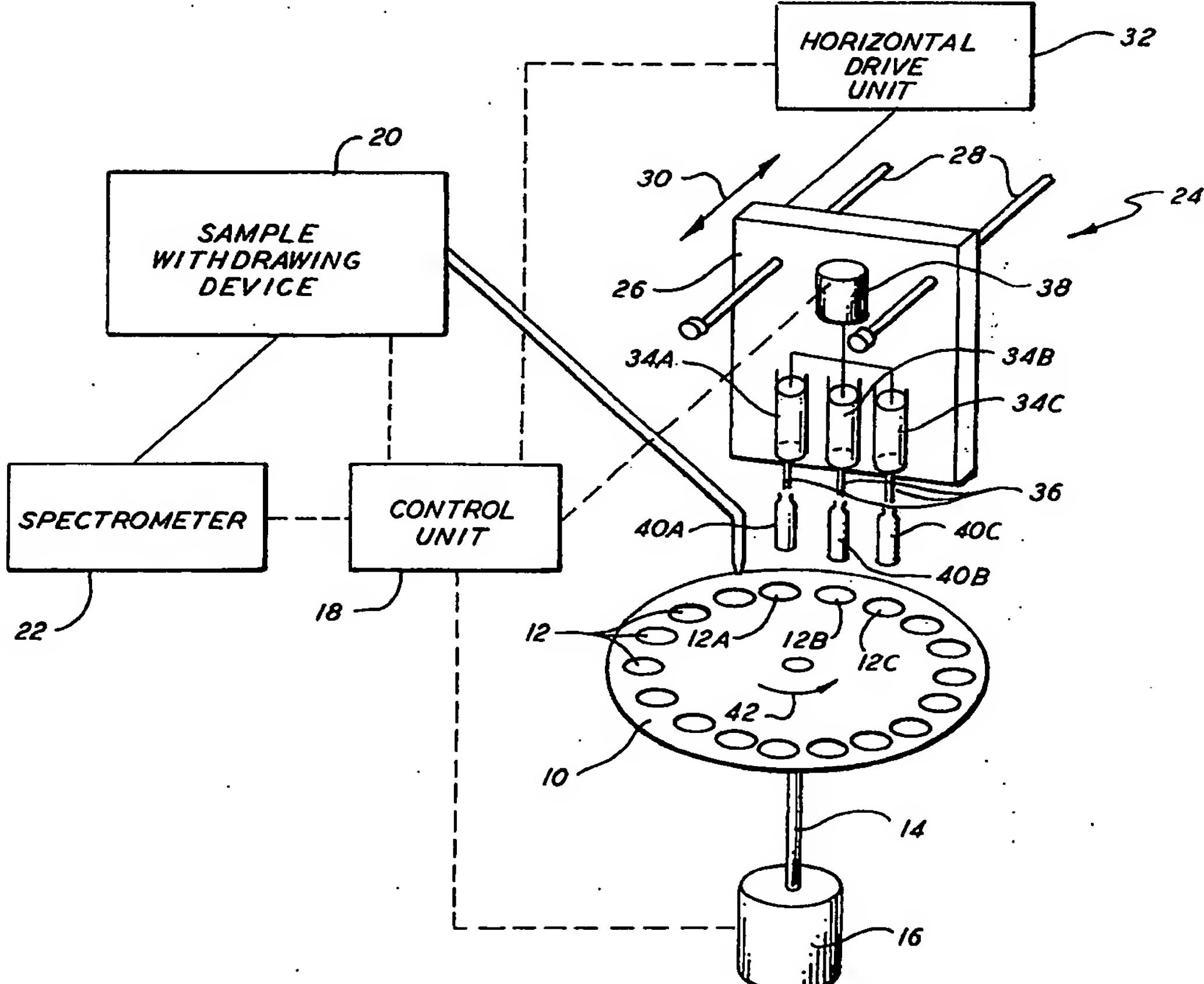
3,475,130	10/1969	Baruch	23/259
3,728,079	4/1973	Moran	23/259 X
3,912,456	10/1975	Young	23/253 R
3,917,455	11/1975	Bak et al.	23/253 R

Primary Examiner—R. E. Serwin  
Attorney, Agent, or Firm—S. A. Giarratana; F. L. Masselle; E. T. Grimes

[57] ABSTRACT

An automatic sample preparation device for use in flameless atomic absorption spectroscopy or the like, wherein samples to be examined for a particular element are successively mixed with graduated, metered additions of the element to be determined, which includes, in combination, controlled delivery pumping apparatus, a storage vessel system containing dilution agents connected to the inlet side of the pumping apparatus, a dosing probe connected to the outlet side of the pumping apparatus, a stepwise movable carrier, a plurality of sample containers mounted on the carrier, a sample withdrawing device for withdrawing samples from the carrier, and a control unit for moving the dosing probe with respect to the carrier so that one group of at least two successive sample containers on the carrier can be simultaneously mixed with graduated, metered additions of the element to be determined prior to sample withdrawal.

18 Claims, 4 Drawing Figures



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

51

Int. Cl. 2:

**G 01 N 1/00X**

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



**Behördeneingang**

11

## **Offenlegungsschrift**

**25 40 969**

21

Aktenzeichen: P 25 40 969.2

22

Anmeldetag: 13. 9. 75

43

Offenlegungstag: 17. 3. 77

30

Unionspriorität:

32 33 31

54

Bezeichnung:

Automatische Probenvorbereitungsvorrichtung

71

Anmelder:

Bodenseewerk Perkin-Elmer & Co GmbH, 7770 Überlingen

72

Erfinder:

Huber, Bernhard Werner, 7770 Überlingen

1

ORIGINAL INSPECTED

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72 73 74 75 76 77 78 79 80 81 82 83 84 85 86 87 88 89 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100

## PATENTANWALTE

Dipl.-Phys. JÜRGEN WEISSE . Dipl.-Chem. Dr. RUDOLF WOLGAST

D 5620 VELBERT 11-LANGENBERG . BÖKENBUSCH 41  
Postfach 110386 . Telefon: (02127) 4019 . Telex: 8516895PatentanmeldungBodenseewerk Perkin-Elmer & Co. GmbH., 7770 ÜberlingenAutomatische Probenvorbereitungsvorrichtung

Die Erfindung betrifft eine automatische Probenvorbereitungsvorrichtung, insbesondere für die flammenlose Atomabsorptionspektroskopie, bei der nacheinander auf ein bestimmtes Element zu untersuchende Meßproben mit abgestuften, abgemessenen Zusätzen des zu bestimmenden Elementes versetzt werden.

Bei z.B. der spektroskopischen Untersuchung von Meßproben unterschiedlichen Ursprungs auf bestimmte Bestandteile können Verfälschungen der Meßwerte durch Beimengungen in der Meßprobe hervorgerufen werden, die vom Ursprung der Meßprobe abhängig sind. Durch wird verhindert, daß eine einmal aufgestellte Eichkurve für die analytische Bestimmung eines bestimmten Bestandteils der Meßprobe von einem Ursprung auf eine Meßprobe mit einem anderen Ursprung übertragbar ist. Üblicherweise umgeht man die in solchen Fällen auftretenden Schwierigkeiten dadurch, daß die Meßprobe mit bekannten Mengen des zu bestimmenden Bestandteils versetzt wird und aus den so ermittelten Meßwerten auf den Gehalt der Pro-

be an dem zu bestimmenden Bestandteil bei der Zusatzmenge null extrapoliert wird, vgl. Analysentechnische Berichte Heft 32, (1974) Seite 10.

Das vorerwähnte Verfahren ist bei einer Vielzahl von zu untersuchenden Proben sehr zeitraubend und umständlich. Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht daher darin, eine Vorrichtung anzugeben, mit der dieses Verfahren automatisch durchgeführt werden kann.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß eine gesteuerte Förderpumpe eingangsseitig an Vorratsgefäß für Verdünnungsmittel angeschlossen und ausgangsseitig mit einem Dosierrüssel versehen ist und daß der Dosierrüssel und ein schrittweise fortschaltbarer Träger für die Meßproben enthaltende Probengefäß mittels einer Steuereinrichtung relativ zueinander beweglich sind, wobei jeweils eine Gruppe von mindestens zwei vorzugsweise drei aufeinanderfolgenden Probengefäßen vor der Probenentnahme mit abgestuften, abgemessenen Zusätzen des zu bestimmenden Elementes versetzbar sind. Dabei kann ein erstes Vorratsgefäß mit reinem Lösungsmittel und mindestens eines vorzugsweise zwei weitere Vorratsgefäß mit Lösungen des zu bestimmenden Elementes in dem genannten Lösungsmittel in jeweils einer bekannten Konzentration vorgesehen sein.

Auf diese Weise wird erreicht, daß eine Gruppe einer vorgeählten Zahl von Probengefäßen, die sich auf einem schrittweise fortschaltbaren Träger befinden, zusätzlich zu der darin enthaltenden Probe mit einem Lösungsmittel und in einer bestimmten Reihenfolge mit unterschiedlichen Zusatzmengen des zu bestimmenden Bestandteils versetzt werden.

Vorteilhafterweise ist bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung für jedes Vorratsgefäß eine Förderpumpe vorgesehen. Auf diese Weise wird erreicht, daß durch die Förderpumpe immer nur das gleiche Medium gefördert wird, so daß die Zwischenschaltung von Waschvorgängen unterbleiben kann.

Die Förderpumpen können als Pipettenpumpen ausgebildet sein, die an einer Haltevorrichtung angeordnet sein können, mittels derer die Pumpen aus einer ersten Stellung zur Aufnahme einer abgemessenen Menge des jeweiligen Verdünnungsmittels oberhalb des zugehörigen Vorratsgefäßes in eine zweite Stellung oberhalb der zugehörigen Probengefäße bewegbar sind. Die Förderpumpen können auch als Durchflußpumpen ausgebildet sein, die ggf. stationär angeordnet sein können, wobei die Dosierrüssele jeweils oberhalb der zugehörigen Probengefäße angeordnet sind und auch in eine weitere Stellung bewegbar sein können, in der sie im Inneren der Probengefäße oberhalb des Flüssigkeitsspiegels angeordnet sind. Bei einer solchen Ausbildung der Pumpe entfällt die Notwendigkeit, mit jedem Zugabeschritt die gesamte Pumpeneinrichtung bewegen zu müssen. Die Förderpumpen können auch als Dilutorpumpen ausgebildet sein, mit der abgemessene Mengen eines jeweils aus reinem Lösungsmittel und einer Lösung des zu bestimmenden Elementes in dem genannten Lösungsmittel in bekannter Konzentration in abgestuften Verhältnissen gemischten Verdünnungsmittels gefördert werden. Auch hier ist eine stationäre Anordnung der Dilutorpumpen und eine bewegliche Anordnung der Dosierrüssele möglich; die Verwendung dieser besonderen Förderpumpe ermöglicht eine universelle Anwendung, weil bei dieser Pumpe keine zusätzlichen Reinigungsvorgänge erforderlich werden.

Zweckmäßigerweise können bei der Vorrichtung nach der Erfindung die Dosierrüssele gemeinsam aus einer ersten Stellung, in der sie gemeinsam in einen Probenvorratsbehälter eingetaucht sind, nach

709811/0584

Aufnahme einer abgemessenen Probenmenge in eine zweite Stellung bewegbar sein, in der sie jeder dem jeweiligen Probengefäß in dem Träger zugeordnet sind. Auf diese Weise können die für die Bestimmung eines Bestandteils in einer Probe notwendigen Probenvorbereitungsschritte praktisch in einem Arbeitsgang erfolgen.

Vorteilhafterweise ist die Förderpumpe der erfindungsgemäßen Vorrichtung als eine Mehrfachpumpe mit einem für alle Fördereinheiten gemeinsamen Antrieb vorgesehen. Dadurch wird die Steuerung der Förderpumpe besonders erleichtert.

Zweckmäßigerweise kann bei der erfindungsgemäßen Probenvorbereitungsvorrichtung eine Förderpumpe und nur ein weiteres Vorratsgefäß vorgesehen sein, auch wenn mehr als zwei Messungen in einer Meßserie durchgeführt werden. Es kann dann die Förderpumpe als eine Dilutorpumpe ausgebildet sein und das Mischungsverhältnis von Lösungsmittel und Lösung in dem Verdünnungsmittel, das den einzelnen Probengefäßen innerhalb der jeweiligen Gruppe von Probengefäßen zugeführt wird, abgestuft sein. Es kann aber auch die Dilutorpumpe stationär angeordnet sein und der Dosierrüssel aus einer ersten Stellung, in der er in einen Probenvorratsbehälter eingetaucht ist, nach Aufnahme einer abgemessenen Probenmenge in eine zweite Stellung bewegbar sein, in der er einem Probengefäß der Gruppe aufeinanderfolgender Probengefäße in dem Träger zugeordnet ist und das Mischungsverhältnis zwischen Lösungsmittel und Lösung für jedes Probengefäß der genannten Gruppe unterschiedlich eingestellt sein. Auf diese Weise wird die eingangs gestellte Aufgabe mit einem möglichst geringem apparativen Aufwand erzielt.

Für die Steuerung der Arbeitsvorgänge der erfindungsgemäßen Probenvorbereitungsvorrichtung kann ein Steuergerät vorgesehen sein; dabei kann das Steuergerät einen von dem Träger der Probengefäße gesteuerten Schalter aufweisen, der in Reihe mit der Netzversorgung

709811/0584

der Förderpumpen liegt. Der Träger kann als Drehtisch ausgebildet sein, der an seinem Außenrand Schaltnocken besitzt, die in Schaltstellung am Betätigungsglied des Schalters eingreifen, wobei der Abstand der Schaltnocken durch die Zahl der jeweils einer Gruppe bildenden Probegefäß bestimmt ist. Die vorgenannte Steuerung stellt eine besonders einfache Steuereinrichtung für die Probenvorbereitungsvorrichtung dar, die ohne weiteres mit vorhandenen Steuer- bzw. Programmierenrichtungen eines Spektrometers für die flammenlose Atomabsorption kombiniert werden kann, so daß eine besonders vorteilhafte Erweiterung des automatischen Betriebs eines solchen Gerätes erzielt wird.

Eine weitere, in ihrem Aufwand besonders geringfügige Lösung der gestellten Aufgabe wird dadurch erzielt, daß ein einziges Vorrat gefäß mit einer Lösung des zu bestimmenden Elementes in bekannte Konzentration und eine einzige Förderpumpe in Gestalt einer Pipettenpumpe vorgesehen werden. Es kann dann die Pipettenpumpe zur Zgabe abgemessener Mengen der Lösung jeweils nach Entnahme einer Meßprobe aus einem Probengefäß eingerichtet sein und eine vorprogrammierte Anzahl von Zugaben der Lösung und Meßprobenentnahmen aus einem Probengefäß vor Fortschaltung des Trägers vorgesehen sein.

Im folgenden werden Ausführungsbeispiele der Erfindung anhand der Abbildungen und Bezugszeichen im einzelnen erläutert und beschrieben; dabei sind gleiche Teile in den verschiedenen Abbildungen mit gleichen Bezugszeichen versehen.

Es zeigen

Fig. 1 in schematischer Darstellung eine erste Ausführung der erfindungsgemäßen Probenvorbereitungsvorrichtung unter Verwendung von Pipettenpumpen; 709811/0584

Fig. 2 eine schematische Darstellung einer anderen Ausführung der erfindungsgemäßen Probenvorbereitungsvorrichtung mit Durchflußpumpen;

Fig. 3 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausführung einer erfindungsgemäßen Probenvorbereitungsvorrichtung mit Dilutorpumpen;

Fig. 4 eine schematische Darstellung einer Steuerungseinrichtung für eine Vorrichtung nach Fig. 2.

Bei den in Fig. 1 bis 4 dargestellten Ausführungsbeispielen der Probenvorbereitungsvorrichtung ist ein Drehtisch 1 vorgesehen, der mit Hilfe eines Motors 3 um eine Achse 2 schrittweise fortgeschaltbar ist und der in geeignet ausgebildeten, nicht dargestellten, Halterungen Probengefäße 4 aufnimmt, von denen die Probengefäße 4'1, 4'2 und 4'3 gezeigt sind. Die Fortschaltung des Drehtisches 1 erfolgt mit Hilfe eines (nicht gezeigten) Steuergerätes, das jeweils zu einem bestimmten Zeitpunkt eine Weiterdrehung des Tisches 1 um einen Probengefäßabstand um seine Achse 2 durch Einwirkung auf den Antriebsmotor 3 bewirkt. Bei einem flammenlosen Atomabsorptionsspektrometer mit Graphitrohrküvette kann diese Steuerung ein Teil der programmierten Steuerung des gesamten Spektrometers sein, wobei die Fortschaltung des Drehtisches beispielsweise in der Weise erfolgt, daß zu bestimmten Zeitpunkten eines Meßzyklus jeweils das nachfolgende Probengefäß 4 in eine bestimmte Stellung gebracht wird, in welcher die nächst zu messende Probe dem Probengefäß entnommen wird.

Bei dem Ausführungsbeispiel nach Figur 1 besitzt die Probenvorbereitungsvorrichtung eine Halterung 6, an der Pipettenpumpen 7'1, 7'2, 7'3 mit Dosierrüsseln 8 oberhalb von Vorratsgefäßen 5'2, 5'1,

5'3, angeordnet sind. Das Vorratsgefäß 5'1 enthält ein Lösungsmittel, z.B. Wasser; das Vorratsgefäß 5'2 enthält eine Lösung des zu bestimmenden Elementes in einer bestimmten Konzentration in Wasser, das Vorratsgefäß 5'3 enthält eine Lösung des zu bestimmenden Elementes in Wasser in einer höheren, z.B. doppelt so hohen Konzentration. Die Pipettenpumpen 7'1, 7'2, 7'3 sind in Fig. 1 in einer Stellung gezeigt, in der sich die Dosierrüssel 8 oberhalb der Vorratsgefäße 5'1, 5'2, 5'3 befinden. Die Arbeitsweise der Vorrichtung ist folgende:

Die Pipettenpumpen 7'1, 7'2, 7'3 werden aus der in Fig. 1 gezeigten Stellung abwärts bewegt, so daß die Dosierrüssel 8 in die in den Vorratsgefäßen 5'1, 5'2, 5'3 befindliche Flüssigkeit ein-tauchen. Die Pipettenpumpen werden dann in der Weise betätigt, daß sie eine abgemessene Flüssigkeitsmenge aus den Vorratsgefäßen ansaugen; anschließend werden die Pipettenpumpen in die in Fig. 1 gezeigte Lage zurückgeführt. Die Pipettenpumpen werden dann mittels der Halterung 6 in eine weitere Stellung verschwenkt in welcher sich die Dosierrüssel 8 der Pumpen 7'1 bzw. 7'2 bzw. 7'3 oberhalb der Probengefäße 4'1 bzw. 4'2 bzw. 4'3 befinden; anschließend werden sie auf eine Höhe abgesenkt, in der die Dosierrüssel innerhalb der Probengefäße 4'1, 4'2 und 4'3 angeordnet sind, aber oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in den Probengefäßen verbleiben. Im nächsten Schritt wird die in den Pipettenpumpen 7'1, 7'2, 7'3 enthaltene Flüssigkeit ausgestoßen und in die Probengefäße 4'1, 4'2, 4'3 eingebracht. Anschließend werden die Pipettenpumpen wieder angehoben und in die in Fig. 1 gezeigte Stellung zurückgebracht.

Bei dieser Anordnung ist also stets eine Pipettenpumpe einem bestimmten Vorratsgefäß zugeordnet. Zwischen den einzelnen Arbeitsvorgängen sind daher keine Spülvorgänge notwendig. Die Gruppe von

Probengefäßen mit aufeinanderfolgend zu untersuchenden Proben besteht hier aus drei Probengefäßen. Soll z.B. der Bleigehalt in einer Probe einer Flüssigkeit bestimmt werden, so werden den Probengefäßen 4'1, 4'2, 4'3 gleiche abgemessene Mengen der Proben zugeführt. Dies geschieht, bevor die Probenvorbereitungsvorrichtung nach Fig. 1 in Tätigkeit tritt. Mit der Pipettenpumpenanordnung nach Fig. 1 wird z.B. dem Probengefäß 4'1 eine abgemessene Menge Wasser, dem Probengefäß 4'2 eine gleiche abgemessene Menge einer Lösung, die 0,25 ppm Blei enthält, und dem Probengefäß 4'3 eine gleiche abgemessene Menge einer Lösung, die 0,5 ppm Blei enthält, zugeführt. Nachfolgend werden dieser Gruppe von Probengefäßen einzeln Meßproben entnommen, in denen das enthaltene Blei quantitativ bestimmt wird; aus der Extrapolation auf die zugesetzte Bleimenge null läßt sich unter Berücksichtigung der Verdünnung die in den Proben enthaltene Bleimenge errechnen.

Bei der Ausführungsform nach Fig. 2 werden anstelle der Pipettenpumpen 7'1, 7'2, 7'3 Durchflußpumpen 9'1, 9'2, 9'3 verwendet, die stationär angeordnet sind. Eingangsseitig ist jede dieser Pumpen über eine Zuleitung an ein Vorratsgefäß 5'1 bzw. 5'2 bzw. 5'3 angeschlossen. Ausgangsseitig sind die Durchflußpumpen mit einem Dosierrüssel 11 verbunden; die Dosierrüssel 11 sind flexibel mit ihren jeweiligen Pumpenausgängen verbunden und an einer Halterung 10 in der Weise angeordnet, daß sie aus der in Fig. 2 gezeigten Lage in eine tiefere Lage absenkbar sind, in welcher jeder der Dosierrüssel 11 in ein zugehöriges Probengefäß 4'1, 4'2, 4'3 taucht, aber oberhalb des Flüssigkeitsspiegels verbleibt.

Die Arbeitsweise dieser Vorrichtung ist die gleiche wie die Arbeitsweise der in Fig. 1 dargestellten Vorrichtung mit Ausnahme der Abweichungen, die sich aus dem anderen Förderpumpentyp ergeben.

709811/0584

Die in Fig. 3 dargestellte weitere Ausführungsform verwendet anstelle der in Fig. 2 gezeigten Durchflußpumpen 9'1, 9'2, 9'3, Dilutorpumpen 12'1, 12'2, 12'3, Im Ausführungsbeispiel unterscheiden sich die Dilutorpumpen 12'1, 12'2, 12'3 von den Durchflußpumpen 9'1, 9'2, 9'3 in Fig. 2 nur durch die Verwendung von zwangsgesteuerten Ventilen 24, 25. Jede dieser Dilutorpumpen ist eingangsseitig mit je einem Vorratsgefäß 5'1, 5'2, 5'3 verbunden. Das erste dieser Gefäße enthält reines Lösungsmittel, das zweite eine bestimmte Konzentration des zu bestimmenden Elements, das dritte eine bestimmte, höhere Konzentration des zu bestimmenden Elements. Ausgangsseitig ist jede dieser Dilutorpumpen 12'1, 12'2, 12'3 mit einem Dosierrüssel 13 verbunden. Die Dosierrüssele 13 sind an einer Halterung 14 gemeinsam beweglich angeordnet. Fig. 3 zeigt die Dosierrüssele 13 in einer ersten unteren Stellung, in der sie in die, in einem Probenvorratsgefäß 15 enthaltene Probe eintauchen.

Die Arbeitsweise der Vorrichtung ist folgende:

In der in Fig. 3 gezeigten Stellung sind die Ventile 25 der Dilutorpumpen 12'1, 12'2, 12'3 geschlossen. Die Ventile 24 sind geöffnet. Durch die Rüssele 13 saugen nun die Dilutorpumpen 12'1, 12'2, 12'3 eine abgemessene Probenmenge an. Danach werden die Ventile 24 geschlossen, die Ventile 25 geöffnet. Nun saugen die Dilutorpumpen eine abgemessene Menge der jeweiligen Lösung aus den Gefäßen 5'1, 5'2, 5'3 an. Nun schließen sich die Ventile 25 wieder. Die Ventile 24 werden wieder geöffnet und die Dosierrüssele 13 an der Halterung 14 in eine erste obere Stellung bewegt, in der sie sich in einer Ebene oberhalb des Probenvorratsbehälters 15 und des Drehtisches 1 befinden. Anschließend werden die Dosierrüssele 13 gemeinsam um eine Achse der Halterung 14 verschwenkt, so daß sie sich in einer zweiten oberen Stellung befinden, in der jeder Rüssel 13 oberhalb eines Probengefäßes 4'1, 4'2, 4'3 angeordnet ist. Anschließend

werden die Dosierrüssel 13 an der Halterung 14 in eine zweite untere Stellung bewegt, in welcher die Dosierrüssel sich innerhalb der Probengefäße 4'1, 4'2, 4'3 befinden, aber oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in diesen Gefäßen verbleiben. Daran anschließend werden die Dilutorpumpen 12'1, 12'2, 12'3 betätigt, wodurch die in der ersten unteren Stellung der Dosierrüssel 13 aufgenommenen Probemengen in die Probegefäß überführt werden und gleichzeitig in das Probengefäß 4'1 reines Lösungsmittel bzw. in die Probengefäße 4'2, 4'3 eine Lösung mit bekannten Mengen des zu bestimmenden Elementes überführt werden.

Es versteht sich, daß die in Fig. 1 - 3 dargestellten Ausführungsformen der Probenvorbereitungsvorrichtung bei entsprechenden Abwandlungen auch mit Förderpumpen anderer bekannter Typen ausgerüstet werden können. Es versteht sich ebenfalls, daß je nach den analytischen Bedürfnissen die Gruppe von Probengefäßen auch nur zwei oder mehr als drei Probengefäße umfassen kann. Weiterhin versteht sich, daß nicht jede der in Fig. 1 bis 3 dargestellten einzelnen Pumpen mit einem gesonderten Antrieb versehen sein muß, sondern daß statt der gezeigten Einzelpumpen auch eine Mehrfachpumpe eingesetzt werden kann, was den Vorteil einer leichteren Steuerbarkeit der Pumpentätigkeit hat.

Eine weitere Vereinfachung des Ausführungsbeispiels nach Fig. 3 ergibt sich aus den technischen Eigenschaften von Dilutorpumpen. Bei diesen Pumpen ist das Verhältnis zwischen der Menge des geförderten reinen Lösungsmittels und der geförderten Menge der Lösung bei konstanter Gesamtfördermenge veränderbar. Es genügt daher, in der Anordnung nach Fig. 3 eine einzige Dilutorpumpe 12 und jeweils nur ein erstes Vorratsgefäß 5'1 mit reinem Lösungsmittel und nur ein zweites Vorratsgefäß 5'2 mit einer Lösung bekannten Gehalts an dem zu bestimmenden Element vorzusehen. Es wird dann jeweils beim Übergang von einem Probengefäß zum andern das Verhältnis der aus dem ersten und dem zweiten Vorratsge-

709811/0584

fäß geförderten Mengen anders eingestellt.

Ein Ausführungsbeispiel einer Steuerung für die im Zusammenhang mit Fig. 2 beschriebnen Probenvorbereitungsvorrichtung ist in Fig. 4 gezeigt. Darin ist mit 20 eine Antriebsvorrichtung bezeichnet, die über einen Schalter 21 an das Netz angeschlossen ist und zur Betätigung der Durchflußpumpen 9'1, 9'2, 9'3 und ggf. der Lageveränderung der Dosierrüssel 11 dient. Der Schalter 21 besitzt ein Betätigungsglied 22, das im ausgeschalteten Zustand dem Außenrand des Drehtisches 1 anliegt. Der Drehtisch 1 trägt an seinem Außenrand in bestimmten Stellungen Schaltnocken 23, mittels derer das Betätigungslied 22 des Schalters 21 betätigbar ist. Die Anordnung der Schaltnocken 23 ist dabei so getroffen, daß dem letzten Probengefäß 4'n einer Gruppe von Probengefäßen 4'1, 4'2, . . . . ., 4'n ein Schaltknocken 23 zugeordnet ist.

Diese Steuereinrichtung arbeitet folgendermaßen:

Wird das letzte Probengefäß 4'n einer Gruppe von Probengefäßen in die Entnahmestellung gebracht, in welcher dem Probengefäß eine Meßprobe entnommen und dem Graphitrohr des Spektrometers zugeführt wird, so wird gleichzeitig durch den Schaltknocken 23 das Betätigungslied 22 des Schalters 21 betätigt, so daß der Schalter 21 den Stromkreis für die Antriebsvorrichtung 20 schließt. Dadurch werden die Probengefäße der folgenden Gruppe von Probergefäßen 4'1, 4'2, 4'3 in der beschriebenen Weise mit aus den Vorratsgefäßen entnommenen Flüssigkeitsmengen versetzt.

Es ist ohne weiteres ersichtlich, daß diese Art der Steuerung in entsprechender Abänderung auch für die Probenvorbereitungsvorrichtung gemäß Fig. 1 oder gemäß Fig. 3 verwendbar ist. Bei den Ausführungsformen nach Fig. 3 muß dann durch geeignete zusätzliche Maßnahmen das Mischungsverhältnis von Lösungsmittel und Lösung in der Dilutorpumpe eingestellt werden.

Eine weitere, nicht im einzelnen durch eine Abbildung dargestellte Ausführung der Probenvorbereitungsvorrichtung nach Fig. 1 sieht vor, daß nur ein Vorratsgefäß 5 und nur eine Pipettenpumpe 7, die in der beschriebenen Weise an der Halterung 6 bewegbar angeordnet ist, verwendet wird. Dabei enthält das Vorratsgefäß 5 eine Lösung mit dem zu bestimmenden Element in bekannter Konzentration. Das Probengefäß 4 im Drehtisch 1 enthält dann die doppelte bis 10-fache Menge der zu untersuchenden Probe. Der Arbeitsablauf ist bei einer solchen Ausbildung der Probenvorbereitungsvorrichtung nach Fig. 1 folgender:

Das Probengefäß 4 wird durch Fortschaltung des Drehtisches 1 in eine Stellung eingebracht, in der dem Probengefäß 4 eine Meßprobe entnommen wird. Anschließend wird dem Probengefäß mittels der Pipettenpumpe 7 eine gleiche Menge der Lösung zugesetzt, die vorher dem Vorratsgefäß 5 entnommen wurde; während die Pipette 7 in die Ansaugstellung gegenüber dem Vorratsgefäß 5 zurückkehrt, wird die Meßprobe im Spektrometer analysiert und die Meßprobenentnahmeverrichtung zum Meßgefäß 4 zurückgeführt. Es wird dann dem gleichen Probengefäß 4 eine weitere Meßprobe entnommen; während die Meßprobe dem Spektrometer zugeführt und darin analysiert wird, wird nochmals eine gleiche Menge der Lösung aus dem Vorratsgefäß 5 mittels der Pipettenpumpe 7 in das Probengefäß 4 eingebracht. Nach Zurückführung der Pipettenpumpe 7 kann dem Probengefäß 4 eine dritte Meßprobe entnommen und der Analyse zugeführt werden. Wie vorstehend bereits im Zusammenhang mit den Probenvorbereitungsvorrichtungen nach den Fig. 1 bis 3 erörtert worden war, kann dieser Vorgang, wenn es die analytische Genauigkeit erfordert, noch öfter wiederholt werden. Die Steuereinrichtung bewirkt bei dieser Abänderung, daß eine Fortschaltung des Drehtisches 1 erst nach Entnahme der vorgesehenen letzten Meßprobe aus dem Probengefäß 4 erfolgt.

Jeder mittels einer der vorstehend beschriebenen Vorrichtungen ermittelte Meßwert ist durch die vor der Messung vorgenommenen Verdünnungsschritte verfälscht und bedarf daher einer Umrechnung auf die jeweils gewünschten Konzentrationseinheiten. Diese Umrechnung kann in einer Meßwertverarbeitungsvorrichtung erfolgen, die in entsprechender Weise programmiert ist und an die eine Speich-Anzeige- und/oder Ausdruckvorrichtung angeschlossen ist, über die jeweils gewünschten Werte angezeigt oder ausgedruckt werden können.

Patentansprüche

1. Automatische Probenvorbereitungsvorrichtung, insbesondere für die flammenlose Atomabsorptionsspektroskopie, bei der nacheinander auf ein bestimmtes Element zu untersuchende Meßprobe mit abgestuften, abgemessenen Zusätzen des zu bestimmenden Elementes versetzt werden, dadurch gekennzeichnet, daß eine gesteuerte Förderpumpe (7; 9; 12) eingangsseitig an Vorratsgefäß (5) für Verdünnungsmittel angeschlossen und ausgangsseitig mit einem Dosierrüssel (8; 11; 13) versehen ist und daß der Dosierrüssel (8; 11; 13) und ein schrittweise fortschaltbarer Träger (1) für die Meßprobe enthaltende Probengefäß (4) mittels einer Steuereinrichtung relativ zueinander beweglich sind, wobei jeweils eine Gruppe von mindestens zwei vorzugsweise drei aufeinanderfolgenden Probengefäßen (4'1, 4'2, 4'3) vor der Probenentnahme mit abgestuften, abgemessenen Zusätzen des zu bestimmenden Elementes versetzbare sind.
2. Vorrichtungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein erstes Vorratsgefäß (5'1) mit reinem Lösungsmittel und mindestens eines vorzugsweise zwei weitere Vorratsgefäß (5'2, 5'3) mit Lösungen des zu bestimmenden Elementes in dem genannten Lösungsmittel in jeweils einer bekannten Konzentration vorgesehen sind.
3. Vorrichtungen nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß für jedes Vorratsgefäß (5'1....5'n) eine Förderpumpe (7'1,...., 7'n; 9'1,...., 9'n; 12'1,...., 12'n) vorgesehen ist.
4. Vorrichtungen nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Förderpumpe als Pipettenpumpen ausgebildet sind.

5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Pipettenpumpen (7) an einer Haltevorrichtung (6) angeordnet sind, mittels derer die Pumpen (7) aus einer ersten Stellung zur Aufnahme einer abgemessenen Menge des jeweiligen Verdünnungsmittels oberhalb des zugehörigen Vorratsgefäßes (5) in eine zweite Stellung oberhalb der zugehörigen Probengefäße (4) bewegbar sind.
6. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Förderpumpen als Durchflußpumpen (9) zur Förderung abgemessener Mengen des jeweiligen Verdünnungsmittels ausgebildet sind, deren Dosierrüssel (11) jeweils oberhalb des zugehörigen Probengefäßes angeordnet sind.
7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchflußpumpen (9) stationär angeordnet sind und die Dosierrüssel (11) gemeinsam aus einer ersten Stellung oberhalb der zugehörigen Probengefäße (4) in eine zweite Stellung bewegbar sind, in der sie im Inneren der Probengefäße (4) oberhalb des Flüssigkeitsspiegels angeordnet sind.
8. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Förderpumpen als Dilutorpumpen (12) zur Förderung abgemessener Mengen eines jeweils aus reinem Lösungsmittel und einer Lösung des zu bestimmenden Elementes in dem genannten Lösungsmittel in bekannter Konzentration in abgestuften Verhältnissen gemischten Verdünnungsmittels ausgebildet sind.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Dilutorpumpen (12) stationär angeordnet sind und die Dosierrüssel (13) aus einer ersten Stellung oberhalb der zugehörigen Probengefäße (4) in eine zweite Stellung bewegbar sind, in de

sie im Inneren der Probengefäße (4) oberhalb des Flüssigkeitsspiegels angeordnet sind.

10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Dosierrüssel (13) gemeinsam aus einer ersten Stellung, in der sie gemeinsam in einen Probenvorratsbehälter (15) eingetaucht sind, nach Aufnahme einer abgemessenen Probenmenge in eine zweite Stellung, in der sie jeder dem jeweiligen Probengefäß (4) in dem Träger (1) zugeordnet sind, bewegbar sind.
11. Vorrichtung nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Förderpumpe (7; 9; 12) als eine Mehrfachpumpe mit einem für alle Fördereinheiten gemeinsamen Antrieb ausgebildet ist.
12. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine Förderpumpe (12) und nur ein weiteres Vorratsgefäß (5'2) vorgesehen ist.
13. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Förderpumpe als eine Dilutorpumpe (12) ausgebildet ist und daß das Mischungsverhältnis von Lösungsmittel und Lösung in dem Verdünnungsmittel, das den einzelnen Probengefäßen (4'1, ..., 4'n) innerhalb der jeweiligen Gruppe von Probengefäßen zugeführt wird, abgestuft ist.
14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Dilutorpumpe (12) stationär angeordnet ist und der Dosierrüssel (13) aus einer ersten Stellung, in der er in einen Probenvorratsbehälter (15) eingetaucht ist, nach Aufnahme einer abgemessenen Probenmenge in eine zweite Stellung, in der er einem

Probengefäß (4'1; . . .; 4'n) der Gruppe aufeinanderfolgender Probengefäße in dem Träger (1) zugeordnet ist, bewegbar ist und daß das Mischungsverhältnis zwischen dem reinen Lösungsmittel und der Lösung des zu bestimmenden Elementes für jedes Probengefäß der genannten Gruppe unterschiedlich eingestellt ist.

15. Vorrichtung nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein Steuergerät (20) für die Steuerung der Arbeitsvorgänge der Probenvorbereitungsvorrichtung vorgesehen ist.
16. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß das Steuergerät (20) einen von dem Träger (1) der Probengefäße (4) gesteuerten Schalter (21) aufweist, der in Reihe mit der Netzversorgung der Förderpumpen (7; 9; 12) liegt.
17. Vorrichtung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Träger als Drehtisch (1) ausgebildet ist, daß der Drehtisch (an seinem Außenrand Schaltnocken (23) besitzt, die in Schaltstellung am Betätigungsglied (22) des Schalters (21) angreifen und daß der Abstand der Schaltnocken (23) durch die Zahl der jeweils eine Gruppe bildenden Probengefäße (4'1, . . . 4'n) bestimmt ist.
18. Vorrichtung nach Ansprüchen 4 und 5 und einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß ein einziges Vorratsgefäß (5) mit einer Lösung des zu bestimmenden Elements in bekannte Konzentration und eine einzige Förderpumpe in Gestalt einer Pettenpumpe (7) vorgesehen ist.

19. Vorrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Pipettenpumpe (7) zur Zugabe abgemessener Mengen der Lösung jeweils nach Entnahme einer Meßprobe aus einem Probengefäß (4) eingerichtet ist und daß eine vorprogrammierte Anzahl von Zugaben der Lösung und von Meßprobenentnahmen aus diesem Probengefäß (4) vor Fortschaltung des Trägers (1) vorgesehen ist.

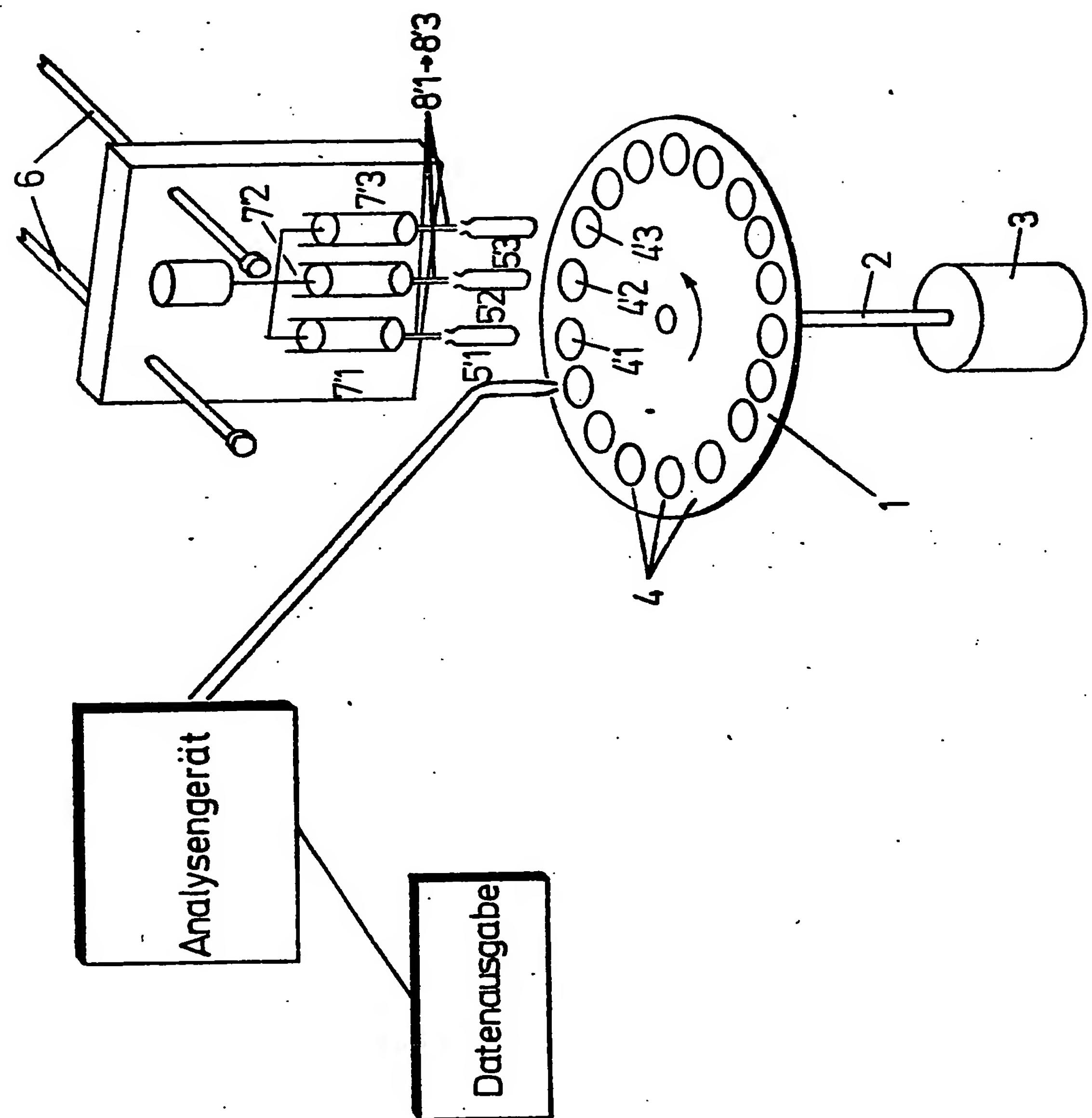
709811/0584

49  
Leerseite

254096

-23-

Fig. 1 X



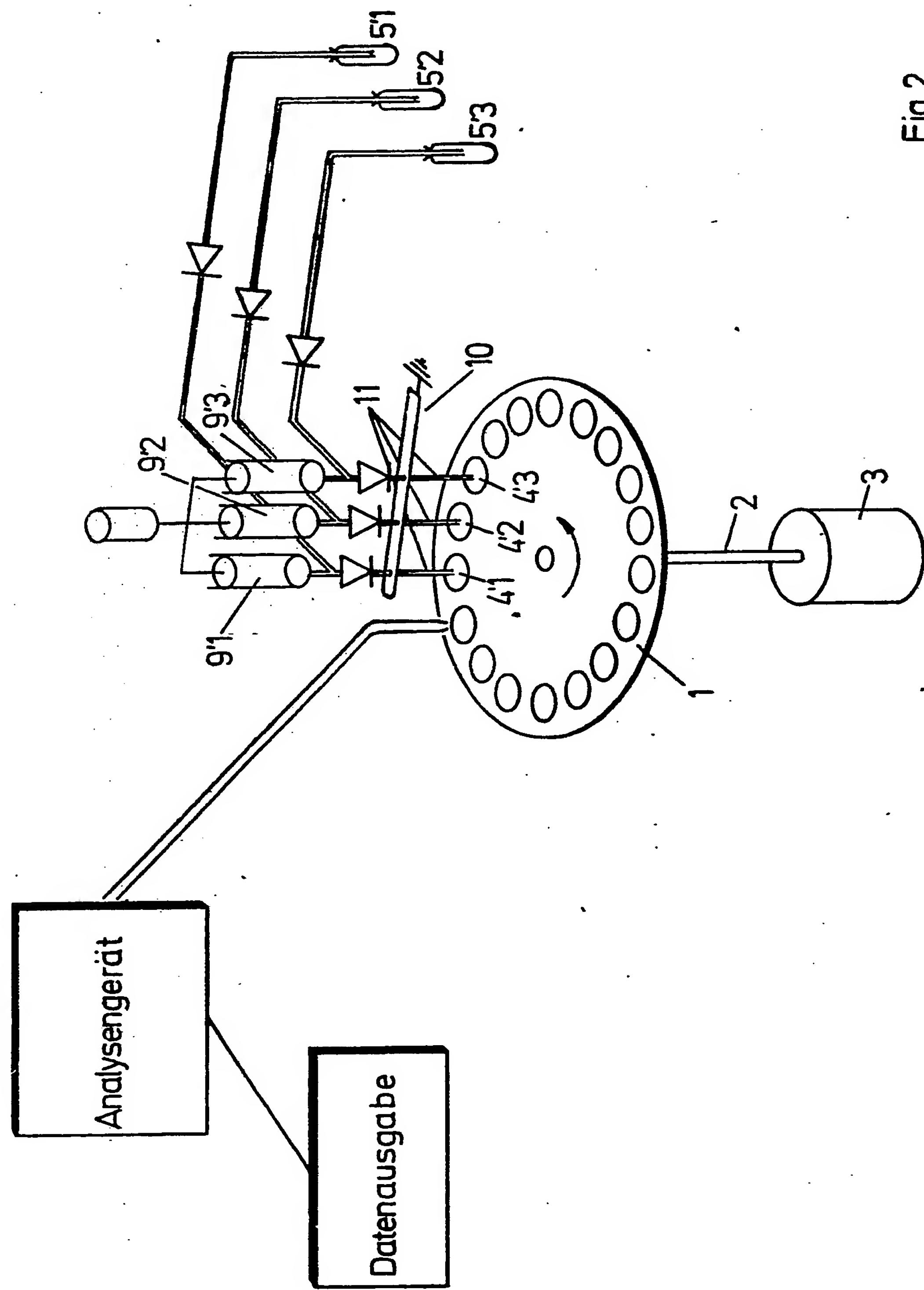
G01N

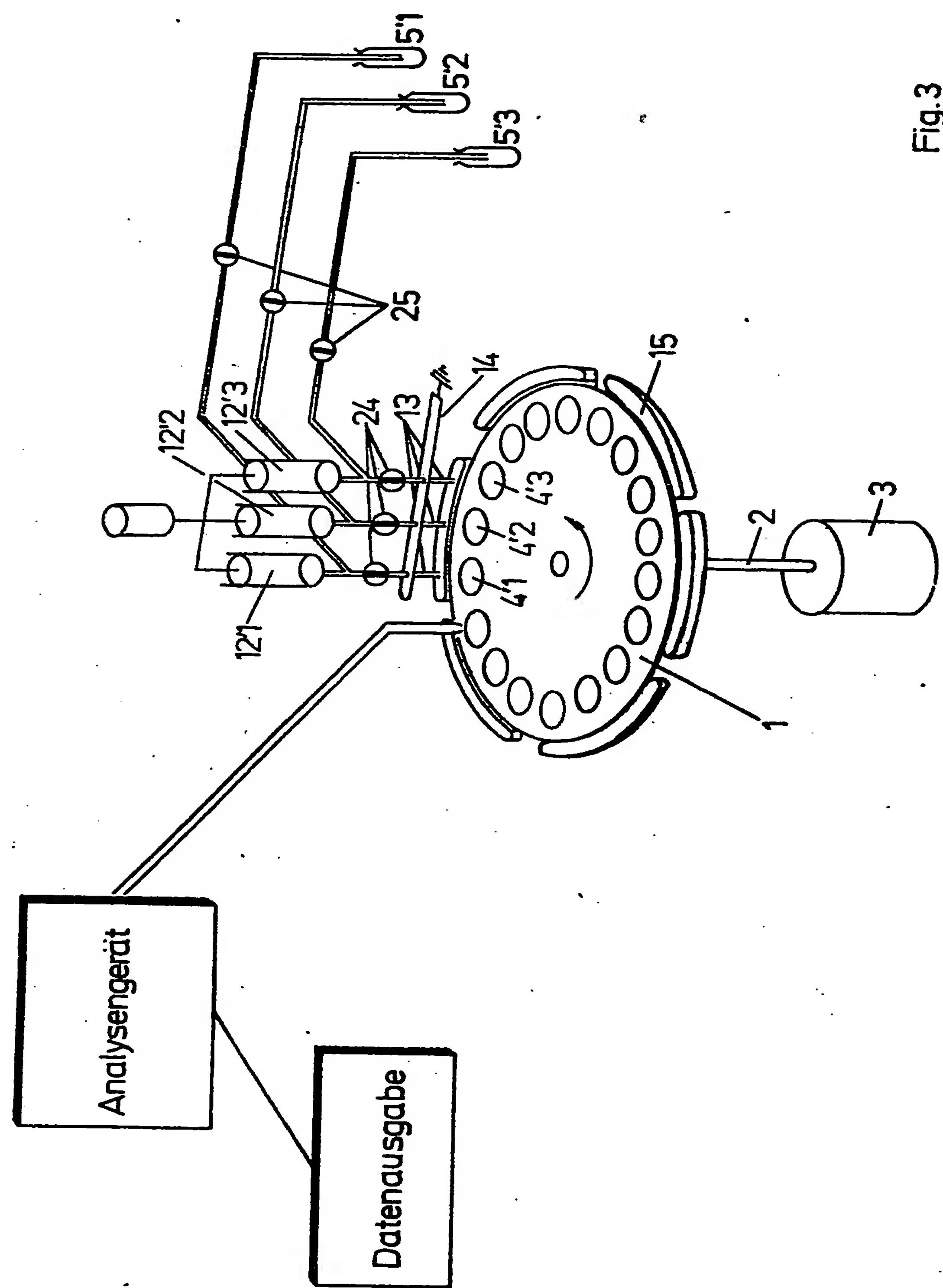
1-00x

AT:13.09.1975 OT:17.03.1977

709811/0584

Fig. 2





709811/0584

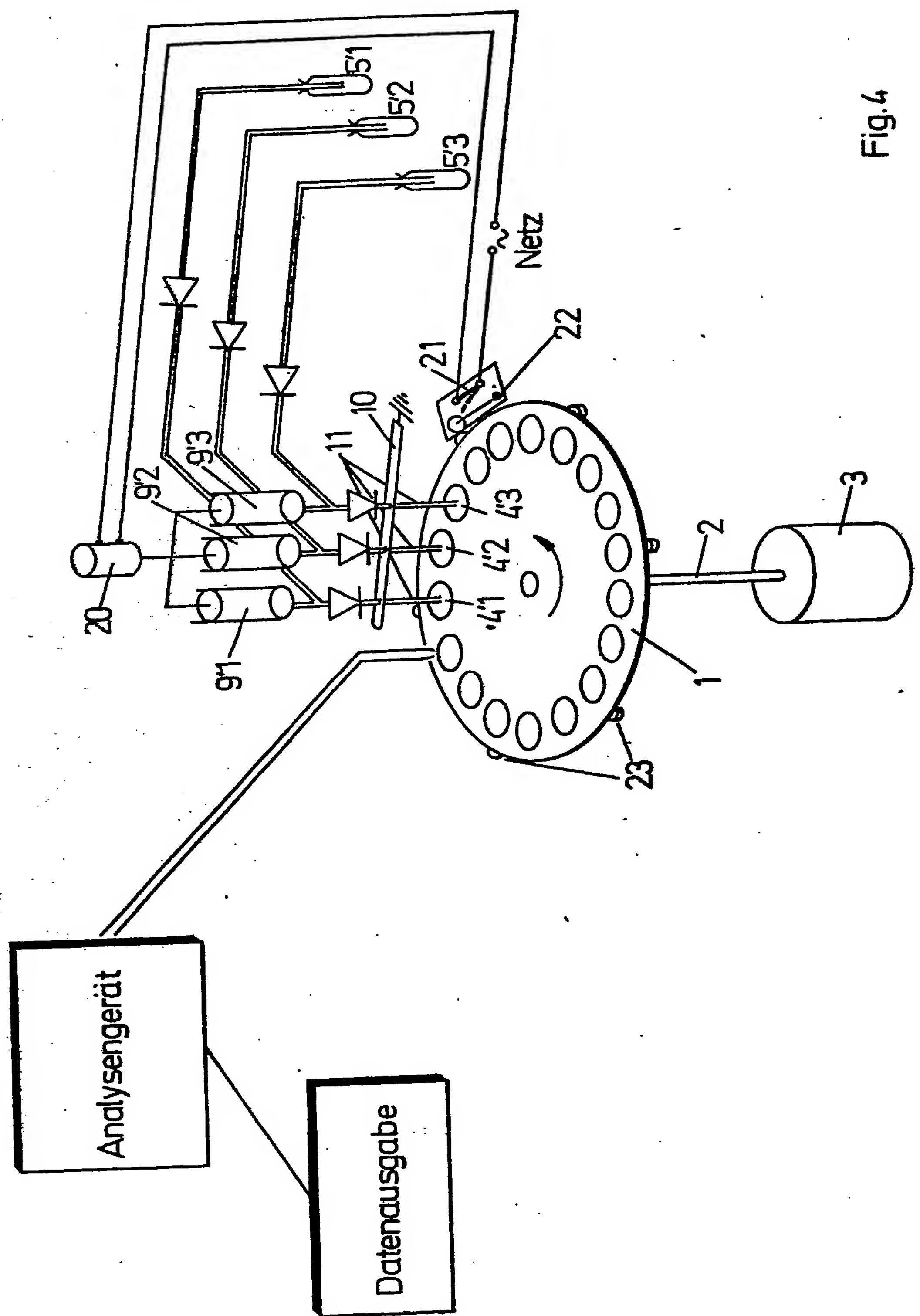


Fig. 4

709811/0584